

2-10-01
JC

0941.64850

PATENT APPLICATION

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In Re U.S. Patent Application)

#4

Applicant(s): Watanabe et al.)

Serial No.: 09/692,569)

Filing Date: October 19, 2000)

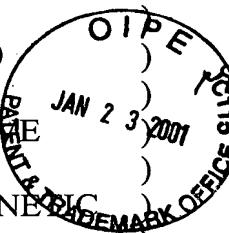
For: MAGNETIC DISK DRIVE
HAVING A SURFACE
COATING ON A MAGNETIC
DISK)

Art Unit: 2652)

I hereby certify that this paper is being deposited with
the United States Postal Service as FIRST-CLASS mail
in an envelope addressed to: Assistant Commissioner for
Patents, Washington, D.C. 20231, on this date.

Registration No. 29367

Attorney for Applicant



Date F-CLASS.WCM

Appr. February 20, 1998

CLAIM FOR PRIORITY

Assistant Commissioner for Patents
Washington, DC 20231

Sir:

Applicants claim foreign priority benefits under 35 U.S.C. § 119 on the
basis of the foreign application identified below:

Japanese Patent Application No. 11-301349, filed October 22, 1999
Japanese Patent Application No. 11-312728, filed November 2, 1999
Japanese Patent Application No. 11-336458, filed November 26, 1999

A certified copy of the priority document is enclosed.

Respectfully submitted,

GREER, BURNS & CRAIN, LTD.

By

Patrick G. Burns
Reg. No. 29,367

January 19, 2001
Suite 2500
300 South Wacker Drive
Chicago, IL 60606
Telephone: (312) 360-0080
Facsimile: (312) 360-9315

CUSTOMER NO. 24978

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT



This is to certify that the annexed is a true copy
of the following application as filed with this office.

Date of Application: October 22, 1999

Application Number: Japanese Patent Application
No. 11-301349

Applicant(s) FUJITSU LIMITED

June 29, 2000

Commissioner,
Patent Office Takahiko Kondo (Seal)

Certificate No. 2000-3050496

09/692,569

日本国特許庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office.

出願年月日

Date of Application:

1999年10月22日

出願番号

Application Number:

平成11年特許願第301349号

出願人

Applicant(s):

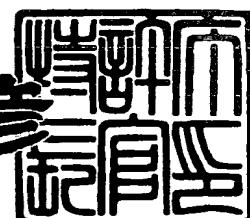
富士通株式会社



2000年 6月29日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

近藤 隆彦



出証番号 出証特2000-3050496

【書類名】 特許願
【整理番号】 9940619
【提出日】 平成11年10月22日
【あて先】 特許庁長官 近藤 隆彦 殿
【国際特許分類】 C08F 14/18
G11B 5/82
【発明の名称】 弗素樹脂及びこれを含む潤滑剤、並びにこの潤滑剤を用いた磁気ディスク
【請求項の数】 12
【発明者】
【住所又は居所】 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番1号 富士通
株式会社内
【氏名】 渡部 慶二
【発明者】
【住所又は居所】 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番1号 富士通
株式会社内
【氏名】 千葉 洋
【特許出願人】
【識別番号】 000005223
【氏名又は名称】 富士通株式会社
【代理人】
【識別番号】 100077517
【弁理士】
【氏名又は名称】 石田 敬
【電話番号】 03-5470-1900
【選任した代理人】
【識別番号】 100086276
【弁理士】
【氏名又は名称】 吉田 維夫

【選任した代理人】

【識別番号】 100092624

【弁理士】

【氏名又は名称】 鶴田 準一

【選任した代理人】

【識別番号】 100082898

【弁理士】

【氏名又は名称】 西山 雅也

【選任した代理人】

【識別番号】 100081330

【弁理士】

【氏名又は名称】 樋口 外治

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 036135

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9905449

【プルーフの要否】 要

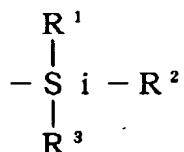
【書類名】 明細書

【発明の名称】 弗素樹脂及びこれを含む潤滑剤、並びにこの潤滑剤を用いた磁気ディスク

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式で表される加水分解性又は脱水縮合性のないトリオルガノシリル基を末端基として有する弗素樹脂。

【化1】

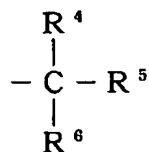


(この式中の R^1 、 R^2 、 R^3 は同一であっても異なっていてもよく、アルキル基、アルケニル基、アリール基、アラルキル基、あるいはこれらをハロゲン又は窒素で置換した基を表す)

【請求項2】 R^1 、 R^2 、 R^3 のうちの少なくとも一つは炭素数2～20のアルケニル基、炭素数6～30のアリール基、及び炭素数7～30のアラルキル基のうちから選ばれる、請求項1記載の弗素樹脂。【請求項3】 R^1 、 R^2 、 R^3 がフェニル基又はベンジル基である、請求項1記載の弗素樹脂。

【請求項4】 末端基として、下記一般式により表され、合計して8個以上のπ電子を有するものを有する弗素樹脂。

【化2】



(この式中の R^4 、 R^5 、 R^6 は、同一であっても異なっていてもよく、H又は

有機基であって、R⁴、R⁵、R⁶のうちの少なくとも一つは有機基である)

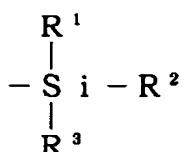
【請求項5】 前記有機基が、アルキル基、アルケニル基、アリール基、アラルキル基、あるいはこれらをハロゲン又は窒素で置換した基から選ばれる、請求項4記載の弗素樹脂。

【請求項6】 前記末端基に合計して14個以上のπ電子が存在する、請求項4又は5記載の弗素樹脂。

【請求項7】 当該弗素樹脂がパーフルオロエーテル骨格を有する、請求項1から6までのいずれか一つに記載の弗素樹脂。

【請求項8】 下記一般式

【化3】



(この式中のR¹、R²、R³は同一であっても異なっていてもよく、アルキル基、アルケニル基、アリール基、アラルキル基、あるいはこれらをハロゲン又は窒素で置換した基を表す)

で表されるトリオルガノシリル基を末端基とする弗素樹脂の製造方法であって、末端に水酸基を有する弗素樹脂を、クロロシラン、シリルアミン又はシリルアミドでシリル化する弗素樹脂製造方法。

【請求項9】 CH結合とCCl結合の一方又は両方を有し且つCF結合を有する溶剤に、末端に水酸基を有する弗素樹脂とアミン系触媒を溶解させ、トリオルガノクロロシランを加えて上記末端に水酸基を有する弗素樹脂をシリル化する、請求項8記載の方法。

【請求項10】 請求項1から7までのいずれか一つに記載の弗素樹脂を含むことを特徴とする潤滑剤。

【請求項11】 加水分解性又は脱水縮合性のないトリオルガノシリル基を末端基として有する弗素樹脂を含むことを特徴とする潤滑剤。

【請求項12】 請求項10又は11記載の潤滑剤から形成した潤滑膜を表面に備えた磁気ディスク。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、新規な弗素樹脂に関する。この弗素樹脂は、特に潤滑剤として有用である。より詳しく言えば、本発明は、磁気記録媒体、特に磁気ディスク媒体と磁気記録装置のヘッドとの摩擦、摩耗による記録媒体のデータ破壊の防止に有用な媒体用の弗素樹脂系潤滑剤に関し、また、この潤滑剤を用いた磁気ディスクに関する。

【0002】

【従来の技術】

近年、磁気ディスク装置においては、ドライブ装置の起動・停止方式として、ドライブ装置の停止時に磁気ヘッドを磁気記録媒体のディスクの表面に接触させておき、ドライブ装置の駆動に伴い記録媒体を回転させることでスライダー機構により磁気ヘッドをディスク表面から一定量だけ浮上させ、ドライブ装置の停止によって磁気ヘッドが再びディスク表面に接触して触れ合うようにするコンタクト・スタート・ストップ(CSS)方式が主流となっている。このCSS方式では、磁気ディスクとスライダー(ヘッド)が長時間接触した後、ディスクを再起動する際には、高いステイクションが発生することによりディスクが起動できなくなったり、あるいは両者が接触して磁気記録データが破壊(ヘッドクラッシュ)されたり、ヘッドやジンバルを損傷したりする恐れがある。ステイクションの発生には、ディスクの表面粗さや材料の性質が大きく影響するため、ディスク磁性層上の保護膜(一般にダイヤモンドライクカーボン(DLC)や二酸化珪素)の上に特定のフッ素含有樹脂からなる潤滑剤層を形成することが提案されている(米国特許第3778308号、米国特許第4267238号、米国特許第4268556号各明細書)。

【0003】

現在磁気ディスク用の潤滑剤として一般的に用いられているパーフロロ樹脂化

合物は、基板である磁気ディスクとの密着性を上げるために樹脂構造の末端に極性の高い官能基を有するように設計されている。例えば、オキソ酸基、水酸基、エステル基、エーテル基がパーフロロ樹脂骨格の末端に直接結合しているものが知られている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

近年パーソナルコンピュータの爆発的な普及と高性能化に伴い、磁気ディスク装置の高記録密度化や高速処理化が加速してきており、これに伴いヘッドとディスクの距離（浮上量）を短く（低く）したり、ディスクの回転速度を速くすることが必要とされている。また、特に最近急速に普及しているノートパソコン等では、使用環境が高温高湿から低温低湿まで様々であるため、これらの環境においてもステイクションを抑えることが必要とされている。これらの要請に応え、そして磁気ディスク装置の高性能化に向けて、近年の磁気ディスク装置においてはディスク表面の潤滑剤の高性能化が従来以上に重要度を増している。

【0005】

これまで知られている磁気ディスク用潤滑剤の大きな問題は、基板である磁気ディスクとの密着性を上げるために樹脂構造の末端に極性の高い官能基を有するように設計されているとは言え、実際に得られるディスクとの密着性が不十分であること、また末端基の極性が大きいために末端基どうしの相互作用が大きく、そのため潤滑剤分子が凝集しやすいことであった。

【0006】

潤滑剤は、磁気ディスク表面に塗布された際に、前述の潤滑剤分子末端の極性基がディスク表面に吸着することで潤滑剤とディスクとの密着性が保たれる。しかし、密着性の悪い潤滑剤では、塗布された潤滑剤の上層部に、ディスクと結合せず自由に動き回る（モバイル（m o b i l e））成分が多量に存在する。この成分の層（モバイル層）は、磁気ディスク装置起動後のディスクの高速回転化の際に遠心力でディスク周辺部に押し出されるためディスクの半径方向に膜厚変動を起こすとともに、ヘッド部分に付着して堆積し、特に浮上量を低下させた場合にヘッドクラッシュを引き起こす原因となる。

【0007】

潤滑剤の凝集は、均一で单分子～数分子層の超薄膜が要求される磁気ディスク潤滑膜では膜質劣化の要因となる。磁気ディスクにおいては潤滑剤の塗布均一性は極めて重要であり、いわゆる塗布ムラが発生すると、ヘッドの浮上性や摩擦特性を劣化させてヘッドクラッシュの要因となると同時に、塗膜がない部分では空気中の不純物を媒体内部にまで侵入させ、磁性体の腐食を招くという問題を引き起こす。

【0008】

更に、従来の潤滑剤には、耐熱性が低く、磁気ディスク製造時の加熱や高速回転化した際の摩擦熱で潤滑剤が分解し、その分解物が摩擦特性を劣化させてヘッドクラッシュを起こすという問題もあった。

【0009】

そこで、本発明は、磁気ディスク表面への密着性が高く、摩擦・磨耗が少なく、且つ耐熱性も良好な潤滑膜を供給することができる潤滑剤として用いるのに好適な弗素樹脂を提供しようとするものである。本発明はまた、この潤滑剤を用いた磁気ディスクの提供を目的とするものもある。

【0010】

【課題を解決するための手段】

発明者らは、弗素樹脂を基にした潤滑膜の磁気ディスク表面への密着性を高めるため銳意検討を重ねた結果、弗素樹脂末端基に特定の官能基を導入することで上記問題をうまく解決できることを見いだした。すなわち、末端基として、従来使用されていた例えばオキソ酸基、水酸基、エステル基、エーテル基を始め、カルボキシル基、ホルミル基等の極性基ではなく、非極性基を用いた弗素樹脂を潤滑剤として用いた方が、潤滑膜の磁気ディスク表面への密着性が大幅に向上去ることを見いだした。更に、非極性基に存在する π 電子の数が、潤滑膜の密着性に大きく関与していることを見いだした。

【0011】

従って、本発明の弗素樹脂は、末端基（エンドキャップ基）として非極性基を有するものである。

【0012】

一つの態様において、本発明の弗素樹脂は加水分解性又は脱水縮合性のないトリオルガノシリル基を末端基として有するものである。ここでトリオルガノシリル基は次の一般式で表すことができる。

【0013】

【化4】



【0014】

この式中の R^1 、 R^2 、 R^3 は同一であっても異なっていてもよく、アルキル基、アルケニル基、アリール基、アラルキル基、あるいはこれらをハロゲン又は窒素で置換した基を表す。

【0015】

好ましくは、 R^1 、 R^2 、 R^3 のうちの少なくとも一つは炭素数 2～20 のアルケニル基、炭素数 6～30 のアリール基、及び炭素数 7～30 のアラルキル基のうちから選ばれる。

【0016】

好ましくは、 R^1 、 R^2 、 R^3 はフェニル基又はベンジル基である。

【0017】

もう一つの態様において、本発明の弗素樹脂は、次の一般式により表され、合計して 8 個以上の π 電子を有する基を末端基として有するものである。

【0018】

【化5】



【0019】

この式中のR⁴、R⁵、R⁶は、同一であっても異なっていてもよく、H又は有機基であって、R⁴、R⁵、R⁶のうちの少なくとも一つは有機基である。

【0020】

好ましくは、有機基は、アルキル基、アルケニル基、アリール基、アラルキル基、あるいはこれらをハロゲン又は窒素で置換した基でよい。

【0021】

好ましくは、末端基には合計して14個以上のπ電子が存在する。

【0022】

好ましくは、上記の式(1)又は(2)で表される末端基を有する弗素樹脂はパーフルオロエーテル骨格を有する。

【0023】

更にもう一つの態様において、本発明は上記の一般式(1)で表されるトリオルガノシリル基を末端基とする弗素樹脂を製造する方法を提供するものであり、この方法においては、末端に水酸基を有する弗素樹脂を、クロロシラン類、シリルアミン類又はシリルアミド類でシリル化する。

【0024】

好ましくは、CH結合とCC1結合の一方又は両方を有し且つCF結合を有する溶剤に、末端に水酸基を有する弗素樹脂とアミン系触媒を溶解させ、トリオルガノクロロシランを加えてシリル化するようにする。

【0025】

もう一つ別の態様において、本発明は上記の弗素樹脂のいずれかを含む潤滑剤を提供する。

【0026】

更に別の態様において、本発明は、上記の潤滑剤から形成した潤滑膜を表面に備えた磁気ディスクを提供する。

【0027】

【発明の実施の形態】

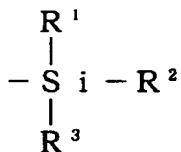
本発明の弗素樹脂は、末端基（エンドキャップ基）として非極性基を有することを特徴とする。

【0028】

本発明における非極性基の代表例は、トリオルガノシリル基である。一般に、末端トリオルガノシリル基がアルコキシ基等が存在することにより加水分解性であり、あるいは脱水縮合性であると、樹脂の保存安定性が低下するので、ここでのトリオルガノシリル基はそのような加水分解性又は脱水縮合性のないものでなければならない。本発明におけるトリオルガノシリル基は、次の一般式で表すことができる。

【0029】

【化6】



【0030】

この式中のR¹、R²、R³は同一であっても異なっていてもよく、アルキル基、アルケニル基、アリール基、アラルキル基、あるいはこれらをハロゲン又は窒素で置換した基を表す。アルキル基としては、炭素数1～20のもの、例えばメチル、エチル、プロピル、ブチル、ヘキシリル、オクチル、ドデシル基その他を使用することができる。アルケニル基としては、炭素数2～20のもの、例えばビニル、アリル、イソプロペニル、ブテニル基その他を使用することができる。アリール基としては、炭素数6～30のもの、例えばフェニル、ナフチル、アント

リル基その他を使用することができる。アラルキル基としては、炭素数7~30のもの、例えばベンジル、ジフェニルメチル、フェニルエチル基その他を使用することができる。

【0031】

磁気ディスクへの潤滑膜の密着性には弗素樹脂の末端基に存在する π 電子が関与していることが見いだされたことは前述のとおりであるが、本発明の弗素樹脂の末端基として使用するトリオルガノシリル基にあっては、置換基R¹、R²、R³のうちの少なくとも一つは π 電子を有するものであるのが好ましく、すなわちR¹、R²、R³のうちの少なくとも一つは上述のアルケニル基、アリール基又はアラルキル基であるのが好ましい。一般には、末端基中の π 電子数が多いほど、塗布して形成した潤滑膜のディスク表面への密着性が向上するが、置換基の入手可能性の観点から、より好ましい置換基R¹、R²、R³はフェニル基又はベンジル基である。

【0032】

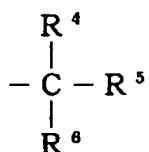
一方、R¹、R²、R³がいずれも π 電子を含まないアルキル基である場合には、潤滑剤をディスク表面に塗布して形成した潤滑膜を加熱あるいは放射線照射により処理することで、潤滑膜の密着性を改善することができる。

【0033】

本発明における非極性末端基のもう一つの代表例は、下記の一般式で表され、合計して8個以上の π 電子を有するものである。

【0034】

【化7】



【0035】

この式中のR⁴、R⁵、R⁶は、同一であっても異なっていてもよく、H又は有

機基であって、 R^4 、 R^5 、 R^6 のうちの少なくとも一つは有機基である。有機基は、アルキル基、アルケニル基、アリール基、アラルキル基、あるいはこれらをハロゲン又は窒素で置換した基でよく、且つ、有機基のうちの少なくとも一つは π 電子を有し、末端基に存在する π 電子は合計して8個以上、好ましくは14個以上になる。アルキル基としては、炭素数1～20のもの、例えばメチル、エチル、プロピル、ブチル、ヘキシル、オクチル、ドデシル基その他を使用することができます。アルケニル基としては、炭素数2～20のもの、例えばビニル、アリル、イソプロペニル、ブテニル基その他を使用することができます。アリール基としては、炭素数6～30のもの、例えばフェニル、ナフチル、アントリル基その他を使用することができます。アラルキル基としては、炭素数7～30のもの、例えばベンジル、ジフェニルメチル、フェニルエチル基その他を使用することができます。一般には、末端基中の π 電子数が多いほど、塗布して形成した潤滑膜のディスク表面への密着性が向上し、置換基 R^4 、 R^5 、 R^6 としては、末端基における π 電子の総数が8個以上となることを条件に、フェニル基、ベンジル基や、ナフチル基、アントリル基等を好ましく用いることができる。

【0036】

本発明の弗素樹脂において用いる末端基は、従来用いられてきた極性基（オキソ酸基、水酸基、エステル基、エーテル基、カルボキシル基、ホルミル基など）と異なり、実質的に極性がないため、本発明の弗素樹脂では極性基の作用による潤滑剤の凝集が回避できる。また、本発明の弗素樹脂の末端基に存在する π 電子は、ディスク保護膜（特にダイヤモンドライカーボンの保護膜）との相互作用のために、上記の如き極性基を導入することなしに、潤滑膜のディスクへの密着性を高めることができる。

【0037】

弗素樹脂の骨格は特に限定されないが、炭素から構成された骨格、あるいは炭素のほかに酸素を含む骨格を有する弗素樹脂が好ましい。弗素樹脂の骨格炭素には弗素が結合している必要があり、弗素以外に、例えば水素（H）、塩素（Cl）、炭素数1～5のアルキル基などが結合していてもよいが、骨格炭素に結合する置換基（水素を含む）のうちの50%以上は弗素であることが好ましい。本發

明では、弗素樹脂としてパーフロロ骨格又はパーフロロエーテル骨格を有するものを好ましく用いることができる。特に好ましい弗素樹脂は、パーフロロエーテル骨格を有する。また、弗素樹脂の骨格部分と末端基とは、通常酸素(O)原子を介して結合するが、骨格部分と末端基とが酸素原子を介さずに結合しているものも、本発明における弗素樹脂のカテゴリーに入るものである。従って、本発明における弗素樹脂は、上述の骨格の部分をAで表し、末端基をEで表して、下式により表すことができる。



又は



なお、ここでは線状構造フッ素樹脂の両末端をエンドキャップ(E)で置換したものを持げているが、片末端構造や分岐状末端の樹脂も同様に用いることができる。

【0038】

潤滑剤として磁気ディスクの表面に塗布後に、揮発等による膜厚の経時的な減少がなくしかも使用中の摩擦の作用で塗膜の一部が粉状の破片として失われるとのない潤滑膜をディスク上に形成するために、本発明の弗素樹脂は特定の範囲内の分子量を有するべきである。上記の条件を満たすため、一般には、本発明の弗素樹脂は分子量が500~10,000程度であるのが好ましく、より好ましくは1000~5000、最も好ましくは2000~3000の分子量を有する

【0039】

本発明の弗素樹脂は、末端に例えば水酸基(OH)等の反応性の基を有する弗素樹脂を、末端基となる特定の基を有する物質と反応させて、弗素樹脂末端に適切な末端基を導入することで、容易に製造することができる。例えば、上記の式(1)で表されるトリオルガノシリル末端基を有する弗素樹脂は、末端に水酸基を有する弗素樹脂を、適切な末端基となる特定有機基を有するクロロシラン類、シリルアミン類、シリルアミド類等でシリル化することにより、簡単に製造することができる。この場合には、特にCH結合とCC1結合の一方又は両方を有し

且つC F結合を有する溶剤に、末端に水酸基を有する弗素樹脂とアミン系触媒を溶解させ、トリオルガノクロロシラン加えてシリル化する方法を好ましく用いることができる。上記の条件を満たす溶剤の好ましい例として、1, 1-ジクロロ-2, 2, 3, 3, 3-ペンタフルオロプロパンと1, 3-ジクロロ-1, 1, 2, 2, 3-ペシタフルオロプロパンとの混合物のほか、スリーエム社製のH F E（ハイドロフルオロエーテル）、日本ゼオン社製のゼオローラ（Zeorora）などを挙げることができる。アミン系触媒としては、トリエチルアミン、ピリジン等を用いることができる。また、上記の式（2）で表される有機末端基を有する弗素樹脂は、末端に水酸基を有する樹脂を適切な末端基となる特定有機基を有する物質と酸触媒の存在下で脱水縮合反応させる等の方法により、やはり簡単に製造することができる。

【0040】

本発明の弗素樹脂を潤滑剤として用いる場合は、これを溶媒に溶解し、必要に応じて添加剤、界面活性剤を添加して、磁気ディスクに塗布することができる。塗布の手法は特に限定されないが、ディップコート法やスピンドルコート法を好ましく用いることができる。また、潤滑剤を塗布する表面の材質は特に限定されないが、本発明の潤滑剤はダイヤモンドライクカーボン（DLC）膜に塗布するのが特に好ましい。特に高記録密度磁気ディスクの場合は、CVD成膜した膜厚8 nm以下のDLC膜を好ましく用いることができる。CVD成膜は、スパッタ成膜より薄いDLC膜を供給できるため磁気スペーシングの短縮が可能であるが、得られる膜が薄いために、DLC保護膜の下にある磁性体などの金属のマイグレーションの頻度が高くなる。そのようなDLC膜上に本発明の潤滑剤を塗布して潤滑膜を形成すれば、DLC膜との高い密着性が得られる。その上、この潤滑膜は被覆性に優れ、下地のDLC膜を完全に覆うことになるので、環境中の湿分等に由来する汚染物を遮断する効果が高く、それにより、従来の潤滑膜を用いた場合よりも高温高湿下で優れた腐食耐性能力を有効に発揮でき、信頼性の高い高記録密度磁気ディスクを供給できる。

【0041】

潤滑剤を塗布して形成したままの潤滑膜は、先に説明したように下地と完全に

結合していないモバイル層を含んでいる。この層は、ディスクの回転によって生じる遠心力でディスクの周辺部に集まりやすく、この現象は、特に高記録密度用のディスクにおけるようにより高速でのディスクの回転が要求される場合に益々顕著となる。本発明の潤滑剤を用いて形成した潤滑膜の下地への密着性は高いため、モバイル層のディスク周辺への移動の度合いはそれほど大きくないが、特に高速回転の磁気ディスク及び磁気ディスク装置の場合に、この現象は厄介な問題の引き金となりかねない。本発明においては、特にこのような場合に、潤滑剤の塗布により形成した潤滑膜に、引き続き加熱又は放射線照射、あるいはその双方による架橋処理を施すことで、潤滑膜の下地への密着性を更に向上させることができる。言うまでもなく、この処理は、高速回転のディスクに必要とされるほど密着性が必ずしも要求されるわけではない、もっと低速で回転するディスクに対しても有効なものである。また、この加熱あるいは放射線照射処理は、上記の一般式(1)で表されるトリオルガノシリル末端基における R^1 、 R^2 、 R^3 がいずれもπ電子を含まないアルキル基である場合に、ディスク表面に形成した潤滑膜の密着性を改善するのに特に有効であることは、前述のとおりである。

【0042】

図1に、本発明の磁気ディスク10を模式的に示す。この磁気ディスク10は、基板11の上に下地膜12、磁性材料膜13、保護膜14、及び潤滑膜15を順次形成した積層構造を有する。基板11は例えばアルミニウムやガラス等から製作される。下地膜12はNi-P、Ni-Al等で製作される。磁性材料膜13は、例えばCo、Cr等の金属、あるいはこれらを含む合金から作られる。保護膜14は、一般にはダイヤモンドライカーボンの膜であり、このほかに二酸化珪素(SiO_2)などが用いられる場合もある。潤滑膜15は本発明の潤滑剤から形成される。このような磁気ディスクの構造も、構成材料も、本発明による潤滑膜を除けば周知のものであり、ここで詳しく説明するには及ばない。

【0043】

図2に、磁気ディスク装置20を示す。この装置20は、図1で説明した本発明の磁気ディスク10を1枚以上含む。ディスク10は、図示しない駆動装置により回転駆動され、スライダー23に取り付けられた磁気ヘッド21により記録

データの書き込みと読み取りが行われる。磁気ヘッドの駆動はヘッド駆動装置22によりなされる。磁気ディスク10、ヘッド21及びヘッド駆動装置22は、図示しないエンクロージャー内に収容され、また磁気ディスク装置20はやはり図示しないインターフェースによりほかの機器に接続される。このような磁気ディスク装置の構成も周知であり、ここで詳しく説明するには及ばない。

【0044】

【実施例】

以下、本発明の実施例を示すが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0045】

【実施例1】

この例では、第素樹脂の合成を説明する。

還流塔、窒素バブリング管、攪拌棒、滴下ロートを取り付けた四つ口フラスコに、原料である末端水酸基を有するパーフロロポリエーテル（アウジモント社製のZDOL4000s）を等量の1, 1-ジクロロ-2, 2, 3, 3, 3-ペンタフルオロプロパンと1, 3-ジクロロ-1, 1, 2, 2, 3-ペシタフルオロプロパンとの混合溶液（旭硝子社製AK-225）で希釈して入れ、末端水酸基に対して3倍モルの脱水ビリジンを加え、50℃で窒素バブリングしながら攪拌し、滴下ロートから末端水酸基の3倍モルのトリフェニルクロロシラン（TPh）を2倍量のAK-225で希釈して滴下し、滴下後70℃の温度で4時間攪拌し、シリル化反応を行った。次に、反応溶液が中性になるまで水洗し、更に酢酸ブチルで2回洗浄した後、ロータリーエバボレータで溶媒成分を蒸発させ、0.1μmのメンブランフィルタで濾過を行った。NMRにて組成分析を行って、パーフロロポリエーテルの水酸基の98%がシリル化されていることを確認した。

【0046】

【実施例2】

実施例1のシリル化剤であるトリフェニルクロロシラン（TPh）に代え、トリベンジルクロロシラン（TBr）、アリルジメチルクロロシラン（ADM）、ジメチルビニルクロロシラン（DMV）、トリビニルクロロシラン（TVn）、

ジフェニルビニルクロロシラン（D P V）、トリエチルクロロシラン（T E t）を用いて、実施例1と同様に弗素樹脂を合成した。N M Rにて組成分析を行ったところ、全ての樹脂において水酸基の95%以上がシリル化されていることが確認された。

【0047】

[実施例3]

実施例1と2で合成した弗素樹脂（全7種）の耐熱性を調べるために、熱重量分析により各樹脂の熱分解性試験を行った。測定は窒素雰囲気中で20°C/minの昇温速度で行い、5%重量減少時の温度を表1に示した。表中に示した樹脂末端基は、末端のシリル化に用いたシリル化剤の符号と一致しており、例えばトリフェニルクロロシラン（T P h）でシリル化した樹脂の末端基はT P hで表示されている。

【0048】

【表1】

表1

| 弗素樹脂末端基 | 5%重量減少温度 |
|-----------|----------|
| T P h | 390°C |
| T B z | 360°C |
| D P V | 365°C |
| A D M | 330°C |
| D M V | 320°C |
| T V n | 332°C |
| T E t | 331°C |
| O H (比較例) | 300°C |

【0049】

[実施例4]

実施例1と2で合成した弗素樹脂（全7種）を、住友3M社製のFC-77溶媒に溶解した。Ni-Pメッキされたアルミニウム板を研磨し、テクスチャー処理して中心線粗さ（Ra）を6.5nmとした基板上に、DCマグнетロンスパッタリングによりArガス雰囲気中でCr磁性層とCoCrTa系磁性層を形成し、そしてCVD法でダイヤモンドライカーボン（DLC）保護膜（膜厚8nm）を形成したディスクを用意した。これに、前述のFC-77溶媒に溶解した末端変性樹脂の潤滑剤7種をそれぞれディップコート法で塗布して成膜した。比較のために、末端を変性せずに水酸基を持った弗素樹脂を使って、同様にディスク上に潤滑剤を成膜した。ディスク上の潤滑剤膜厚を赤外吸収スペクトルにて測定し、続いてこのディスクをFC-77溶媒に浸漬して、ディスクに結合していないモバイル層を溶解除去し、膜厚を再測定して、ボンド率（=溶解後膜厚／初期膜厚）を測定した。更に、潤滑剤塗布後に低圧水銀ランプで5秒間表面を全面照射したディスクについて、同様にボンド率を測定した。得られた結果を表2に示す。表2に示した樹脂末端基は、表1と同じく用いたシリル化剤の符号と一致している。また、表2には末端基に存在するπ電子数も示されている。

【0050】

【表2】

表2

| 樹脂末端基 | 塗布後ボンド率 | 照射後ボンド率 | 末端基π電子数 |
|---------|---------|---------|---------|
| T Ph | 57% | 60% | 18 |
| T Bz | 58% | 65% | 18 |
| D PV | 45% | 55% | 14 |
| ADM | 37% | 48% | 2 |
| DMV | 40% | 48% | 2 |
| TVn | 34% | 48% | 6 |
| TEt | 30% | 52% | 0 |
| OH(比較例) | 35% | 42% | 0 |

【0051】

[実施例5]

Ni-Pメッキされたアルミニウム板を研磨し、テクスチャー処理して中心線粗さ(R_a)を5nmとした基板上に、DCマグнетロンスパッタリングによりArガス雲囲気中でCr磁性層を50nm、CoCrTa系磁性層を40nm順次形成後、その上にDLC保護膜を形成したディスクを用意した。このディスク表面に実施例4と同様に架橋潤滑膜(2.5nm厚)を形成した。得られた磁気ディスクについて、アルミナとTiCとの焼結体からなる薄膜ヘッドを取り付けたスライダーを用い、スライダー浮上量0.1μm、ディスク回転数3600rpmで15秒稼動-15秒停止のサイクル試験を行い、耐CSS(コンタクト・スタート・ストップ)特性をディスク摩擦試験機で調べた。その結果を、摩擦係数が0.6に達した時のCSS回数として表3に示す。

【0052】

【表3】

表3

| 樹脂末端基 | 摩擦係数が0.6に達した時のCSS回数 |
|---------|---------------------|
| TPh | 20000 |
| OH(比較例) | 7000 |

【0053】

以上が本発明の実施形態の一例である。このほかにも、本発明の実施形態として考えられるものに、本発明の潤滑剤から形成した潤滑膜を備えた磁気ディスクを含む磁気ディスク装置が挙げられる。

【0054】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明により、ディスクとのボンド率が高く、摩擦、磨耗が少なく、かつ耐熱性とはっ水性（弗素樹脂ははっ水性の材料として知られている）が高い潤滑膜を供給することができる弗素樹脂を提供することが可能になった。この樹脂を磁気ディスク用潤滑剤として使用することにより、潤滑膜のモバイル層によるディスクの高速回転時の膜厚変動やヘッドクラッシュを防止でき、特に高温高湿環境での使用においても信頼性の著しく高い磁気ディスク及び磁気ディスク装置を供給することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の磁気ディスクを説明する図である。

【図2】

磁気ディスク装置を説明する図である。

【符号の説明】

10…磁気ディスク

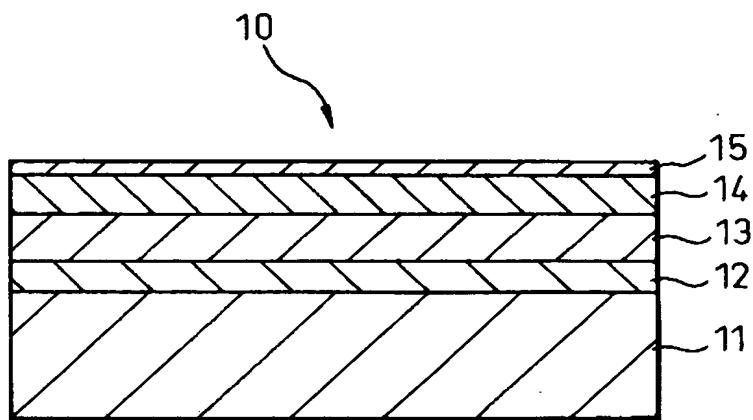
15…潤滑膜

20…磁気ディスク装置

【書類名】 図面

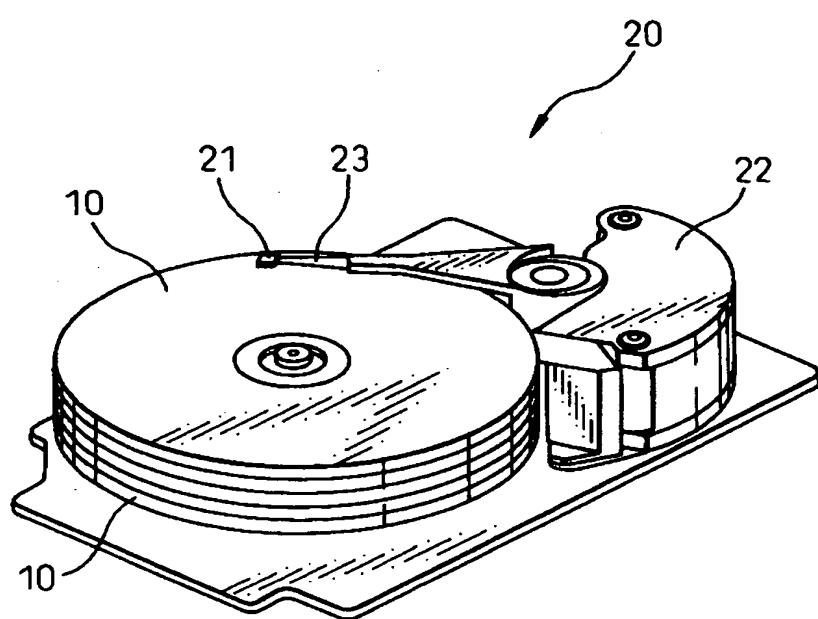
【図1】

図1



【図2】

図2



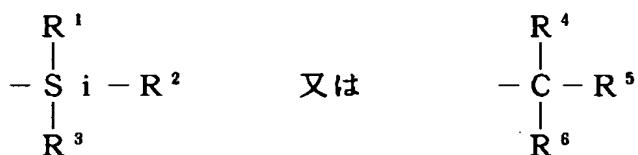
【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 磁気ディスク表面への密着性が高く、摩擦・磨耗が少なく、且つ耐熱性も良好な潤滑膜を形成できる弗素樹脂を提供し、併せてこれを用いて形成した潤滑膜を備えた磁気ディスクを提供する。

【解決手段】 下記の式（1）のトリオルガノシリル基又は式（2）で表されπ電子を8個以上有する有機基を末端基とする弗素樹脂とする。

【化1】



なお、式中のR¹、R²、R³は同一でも異なっていてもよく、アルキル基、アルケニル基、アリール基、アラルキル基、あるいはこれらをハロゲン又は窒素で置換した基を表し、R⁴、R⁵、R⁶は同一でも異なっていてもよく、H又は有機基であって、それらのうちの少なくとも一つは有機基である。

【選択図】 なし

出願人履歴情報

識別番号 [000005223]

1. 変更年月日 1996年 3月26日
[変更理由] 住所変更
住 所 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番1号
氏 名 富士通株式会社